

Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 11274257
 PUBLICATION DATE : 08-10-99

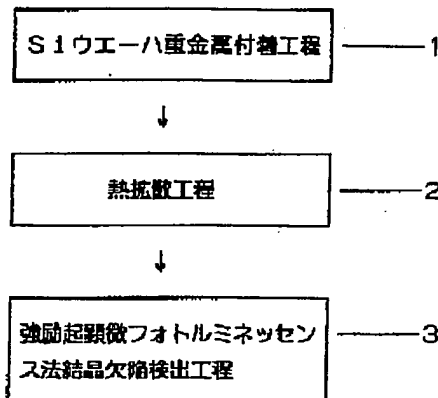
APPLICATION DATE : 18-03-98
 APPLICATION NUMBER : 10089448

APPLICANT : SHIN ETSU HANDOTAI CO LTD;

INVENTOR : HAYAMIZU YOSHINORI;

INT.CL. : H01L 21/66 G01N 21/64

TITLE : METHOD OF EVALUATING DEFECT
 OF SEMICONDUCTOR CRYSTAL



ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To evaluate the defect of crystal structure with high accuracy, by detecting the defect with a strong excitation microphotoluminescence defect device after polluting a semiconductor crystal with heavy metal.

SOLUTION: A silicon single crystalline wafer is soaked in ultrapure water where heavy metal is added into specified concentration so as to let the heavy metal adhere to the surface so as to pollute it. Next, the heavy metal is thermally diffused in silicon crystal and the heavy metal is made to permeate the silicon wafer at large. Hereby, if there is oxygen deposit or crystal defect such as transposition, etc., the heavy metal is caught therein, and the crystal defect is electro-optically activated, and the photoluminescence light intensity at the defective section drops largely. So, it is applied to a strong excitation microphotoluminescence defect device so as to detect the crystal defect at the semiconductor surface layer for evaluation. Therefore, the crystal defect of the semiconductor crystal can be detected without being influenced by roughening the surface or the step, etc., of the device pattern without contact and with high sensitivity, and the crystal defect can be evaluated accurately.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-274257

(43)公開日 平成11年(1999)10月8日

(51)Int.Cl.⁸

識別記号

F I

H 0 1 L 21/66

H 0 1 L 21/66

L

G 0 1 N 21/64

C 0 1 N 21/64

E

審査請求 未請求 請求項の数5 F D (全 5 頁)

(21)出願番号

特願平10-89448

(22)出願日

平成10年(1998)3月18日

(71)出願人 000190149

信越半導体株式会社

東京都千代田区丸の内1丁目4番2号

(72)発明者 吉田 知佐

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半
導体株式会社半導体磯部研究所内

(72)発明者 速水 尊範

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越半
導体株式会社半導体磯部研究所内

(74)代理人 弁理士 好宮 幹夫

(54)【発明の名称】 半導体結晶の欠陥評価方法

(57)【要約】

【課題】 強励起顕微フォトルミネッセンス法ではあまり感度のない酸素析出物やGrown-in欠陥のような結晶の構造欠陥を、結晶表面の粗れ、デバイスパターンの段差、パーティクルや汚れ等の影響を受けずに、非接触かつ高感度に検出評価する方法を提供する。

【解決手段】 強励起顕微フォトルミネッセンス法による半導体結晶の欠陥評価方法において、半導体結晶を重金属で汚染した後、強励起顕微フォトルミネッセンス欠陥検出装置で欠陥を検出することを特徴とする半導体結晶の欠陥評価方法である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 強励起顕微フォトルミネッセンス法による半導体結晶の欠陥評価方法において、半導体結晶を重金属で汚染した後、強励起顕微フォトルミネッセンス欠陥検出装置で欠陥を検出することを特徴とする半導体結晶の欠陥評価方法。

【請求項2】 前記半導体結晶の重金属汚染に、熱拡散法を使用することを特徴とする請求項1に記載の半導体結晶の欠陥評価方法。

【請求項3】 前記半導体結晶を汚染する重金属元素が、鉄、銅またはニッケルであることを特徴とする請求項1または請求項2に記載した半導体結晶の欠陥評価方法。

【請求項4】 前記重金属で汚染された半導体結晶から得られるフォトルミネッセンス光の内、波長950nm以上の光を測定することを特徴とする請求項1ないし請求項3のいずれか1項に記載した半導体結晶の欠陥評価方法。

【請求項5】 評価される半導体結晶が、シリコンであることを特徴とする請求項1ないし請求項4のいずれか1項に記載した半導体結晶の欠陥評価方法。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体結晶の評価方法、特に半導体ウエーハ中の欠陥評価に好適な評価方法であって、より詳細には強励起顕微フォトルミネッセンス法（以下、強励起顕微PL法ともいう）による結晶欠陥検出法の高感度化に関する。

【0002】

【従来の技術】近年の半導体素子の高集積化に伴い、半導体中の結晶欠陥、特に表面近傍の結晶欠陥評価が重要になってきている。従来、半導体結晶中の表層欠陥の評価方法としては、選択エッチング法や光散乱法が広く用いられている。

【0003】しかし、選択エッチング法は、試料表面をエッチャントでエッチングする破壊法であり、最近では環境への影響という点でも問題がある。また、光散乱法は、ウエーハ表面からレーザ光を入射し、表面直下に存在する結晶欠陥による散乱光を検出することで欠陥を認識するという方法である。この方法では、光散乱体のサイズが数十nmと非常に小さくても充分検出可能なため、結晶中のGrown-in欠陥や酸素析出物のような小さな欠陥の評価も行えるという利点がある。しかし、光散乱は、試料内部の欠陥だけでなく、表面でも起きるため、表面が粗れている場合やデバイスパターンによる段差がある場合、またパーティクルや汚れ等がある場合等には、表面散乱の方が内部の欠陥による散乱より大きくなるため、それぞれの散乱光の分離ができず、欠陥の観察が非常に困難であった。

【0004】このようなことから、最近、強励起顕微P

L法を使った表層欠陥検出法が開発された。この方法によれば、表面の粗れ等による光散乱の影響を殆ど受けずに欠陥を検出することができ、表層欠陥の評価方法としては非常に優れているが、原理的に電気光学的に活性な欠陥でないためと検出感度が低いため、酸素析出物やGrown-in欠陥のような結晶の構造欠陥に対してはあまり有効ではないという欠点がある。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明はこのような問題点を鑑みなされたもので、強励起顕微PL法ではあまり感度の低い酸素析出物やGrown-in欠陥のような結晶の構造欠陥を、高感度に評価する方法を提供することを主たる目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するため本発明の請求項1に記載した発明は、強励起顕微PL法による半導体結晶の欠陥評価方法において、半導体結晶を重金属で汚染した後、強励起顕微フォトルミネッセンス欠陥検出装置（以下、強励起顕微PL欠陥検出装置ともいう）で欠陥を検出することを特徴とする半導体結晶の欠陥評価方法である。

【0007】このように、半導体結晶を重金属で汚染した場合、結晶中に酸素析出物、Grown-in欠陥や転位等の結晶欠陥があるとそこに重金属が捕捉されて結晶欠陥が電気光学的に活性化され、欠陥部分のフォトルミネッセンス光強度（以下、PL光ともいう）が大きく低下するので、強励起顕微PL欠陥検出装置の検出感度が向上し、表面の粗れ、デバイスパターンによる段差、パーティクルや汚れ等から発する散乱光とは明確に区別された結晶欠陥を極めて鮮明に高感度に検出することができる。

【0008】この場合、請求項2に記載したように、半導体結晶の重金属汚染に熱拡散法を使用することが好ましく、請求項3に記載したように、半導体結晶を汚染する重金属元素を鉄、銅またはニッケルとするのが好ましい。

【0009】このように、半導体結晶の重金属汚染に熱拡散法を使用し、重金属元素に鉄、銅またはニッケルを使用すれば、試料全体に重金属が容易に浸透し、重金属は結晶欠陥に捕捉され、結晶欠陥は電気光学的に活性化されるので、強励起顕微PL欠陥検出法で充分検出可能である。

【0010】そして、本発明の請求項4に記載した発明は、重金属で汚染された半導体結晶から得られるPL光の内、波長950nm以上の光を測定することを特徴とする半導体結晶の欠陥評価方法である。

【0011】このような特定波長に限定することで、表面から散乱される散乱光を簡単に分離することができ、表面の粗れ、デバイスパターンによる段差、汚れやパーティクル等から発する散乱光に影響されずに結晶欠陥を

極めて鮮明に高感度に検出することができるので、表面の結晶欠陥の正しい評価が可能となる。

【0012】本発明の請求項5に記載した発明は、評価される半導体結晶をシリコンとすると、特に有効かつ正確な欠陥評価が可能となる。

【0013】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態を、半導体結晶としてシリコンを例にして、図面を参照しながら説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。ここで、図1は、本発明の強励起顕微PL法による半導体結晶の欠陥評価方法のフローの一例を示したフロー図である。図2は、強励起顕微PL法と従来のPL法との欠陥検出原理を比較した説明図である。

【0014】本発明者等は、強励起顕微PL法ではあまり感度のない酸素析出物やGrown-in欠陥のような結晶の構造欠陥を、高感度に評価する方法を種々調査検討した結果、シリコン結晶を重金属で汚染すれば、重金属を捕捉した結晶欠陥は電気光学的に活性化され、強励起顕微PL法で高感度に検出できることを想到し、汚染処理条件と測定条件を究明して本発明を完成させた。

【0015】従来より、シリコン結晶を重金属で汚染した場合、シリコン結晶中に酸素析出物、転位やGrown-in欠陥等の結晶欠陥があると、そこに重金属が捕捉される現象が知られており、一般に重金属ゲッタリングと呼ばれている。また、このように重金属を捕獲した結晶欠陥は、捕獲する前に比べて電気光学的に活性になることも知られている。そこで、本発明者等は、これらの知見を基に、結晶欠陥を故意に重金属で汚染することで、元來電気光学的にあまり活性でない結晶欠陥を活性にしてやり、強励起顕微PL法による欠陥検出感度を向上させることを試み、諸条件を精査して結晶欠陥の評価方法確立した。以下、汚染処理条件と測定条件を詳細に説明する。

【0016】本発明の結晶欠陥評価方法のフローは、例えば図1に示したように、シリコンウエーハに工程(1)で重金属を付着し、工程(2)で熱拡散させ、工程(3)で強励起顕微PL欠陥検出装置により欠陥を検出し、評価しようとするものである。

【0017】工程(1)は、本発明の半導体結晶、例えばシリコン単結晶ウエーハを重金属で汚染する工程で、重金属を所定濃度になるように添加した超純水にシリコンウエーハを浸漬して、その表面に重金属を付着するディップ法等が使用される。ディップ法の条件としては特に限定されるものではなく、また、半導体ウエーハ表面に重金属を付着する方法も、ウエーハ表面に均一に重金属を付着することが可能な方法であればどのような方法を用いてもよい。例えば、塗布法、スピンコート法、スプレー法等によって、ウエーハ表面に重金属を付着することもできる。

【0018】また、この場合、半導体シリコン結晶を汚

染する重金属元素としては、特に限定されないが、結晶欠陥を電気光学的に活性化させ易いことや、取扱の簡便さ等からFe、CuまたはNiが好ましい。

【0019】次に工程(2)は、工程(1)で表面に付着させた重金属をシリコン結晶中に熱拡散させる工程である。表面に重金属を付着したシリコンウエーハを約1000℃に昇温した電気炉中に投入し、約1時間加熱して熱拡散させシリコンウエーハ全体に重金属を浸透させる。この熱拡散を行う温度と時間も特に限定したものではなく、基本的には重金属が充分試料全体に行き回さえすればよく、上記条件に限定されるものではない。

【0020】さらに、1000℃における重金属の熱拡散を行った後、このままでも汚染前に比べると結晶欠陥はかなり電気光学的に活性化されているが、さらに、600℃、2時間程度の比較的低温の熱処理を加えることで、重金属はより一層結晶欠陥に捕捉され、結晶欠陥が強力に電気光学的に活性化される。

【0021】最後に工程(3)で強励起顕微PL欠陥検出装置に掛けて、半導体表面の結晶欠陥を検出して評価することになる。ここでは結晶欠陥として、例えば、酸素析出物、OSF(Oxidation induced Stacking Fault、酸化誘起積層欠陥)およびスリップ転位を検出し、評価している。

【0022】本発明で使用される強励起顕微フォトルミネッセンス法とは、励起レーザの試料位置におけるスポット直径を1~2μmまで絞り込み(通常のPL法では直径0.1~1mm程度)、さらにレーザパワーも試料位置で20~100mWと通常のPL法の数~数十倍高い励起条件で行うPL法である。この励起条件下では、励起レーザのエネルギー密度が通常PL法の10⁵倍程度高くなっている。通常PL法の励起条件では、キャリアの拡散長は数百μmと長く、PL光(バンド端発光)の空間分解能も数百μm程度であった。一方、強励起顕微PL法では、上記の強励起条件を用いることでキャリアの拡散長は数μmのオーダーまで抑制され、高い空間分解能(~1μm)でのPL光測定が可能となる。ここで強励起顕微PL法におけるバンド端発光強度は、次式で表される。

$$I_b \propto n_{ex}^2 \tau$$

(ここに、 I_b : バンド端発光強度、 n_{ex} : 注入キャリア濃度、 τ : ライフタイムである)

図2は、強励起顕微PL法と従来のPL法との欠陥検出原理を比較した説明図である。

【0023】

【実施例】以下、本発明の実施例と比較例を挙げて具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

(実施例) 先ず、半導体単結晶ウエーハに、故意に酸素析出物、OSF、スリップ転位等といった結晶欠陥をウエーハ表層に形成させた。次いでこの結晶欠陥を形成し

たウエーハをディップ法により、表面にFeを 10^{10} atoms/cm² になるように付着させた。続いて、1000℃×1時間および600℃×2時間の熱処理を加えて、付着したFeを熱拡散させてウエーハを重金属で汚染した。最後にこのウエーハを強励起顕微PL欠陥検出装置に掛けて酸素析出物、OSF、スリップ転位等の結晶欠陥を検出し、評価した。その結果を図3に示す。

【0024】(比較例) 上記実施例において、故意に酸素析出物、OSF、スリップ転位等といった結晶欠陥を表層に形成させたウエーハを、重金属汚染させることなくそのまま強励起顕微PL結晶欠陥検出装置に掛けて、検出測定した。その結果を図4に示す。

【0025】図3および図4を比較すれば明らかなように、本発明の重金属汚染処理を施したシリコンウエーハでは、明確な欠陥のコントラストが観察される。これに反して、本発明の処理を施さずに観察した図4では、結晶欠陥のコントラストは観察されるもののあまり明瞭ではない。このように両者の比較から、本発明の評価方法における欠陥検出感度が著しく向上したことは明白である。

【0026】なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

【0027】例えば、上記実施形態においては、半導体結晶につき、半導体シリコンの場合を例に挙げて説明したが、本発明はこれらに限定されず、他の半導体材料、例えば、GeあるいはGaAs、GaP、InP等の化

合物半導体単結晶であっても、本発明は同様に適用することができる。

【0028】

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば、半導体結晶の結晶欠陥を、表面の粗れ、デバイスパターンの段差、パーティクルや汚れ等の影響を受けずに、非接触かつ高感度で検出可能となるので、結晶欠陥を正確に評価することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の半導体結晶の欠陥評価方法を示すフロー図である。

【図2】強励起顕微PL法と従来のPL法との結晶欠陥検出原理を比較した説明図である。

(a) 強励起顕微PL法、(b) 従来のPL法。

【図3】本発明の、故意に欠陥を形成した半導体ウエーハを重金属汚染処理後、強励起顕微フォトルミネッセンス法で検出した結晶欠陥の観察図である。

(a) 酸素析出物、(b) OSF、(c) スリップ転位。

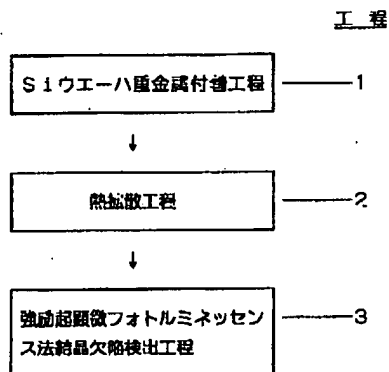
【図4】故意に欠陥を形成した半導体ウエーハをそのまま強励起顕微フォトルミネッセンス法で検出した結晶欠陥の観察図である。

(a) 酸素析出物、(b) OSF、(c) スリップ転位。

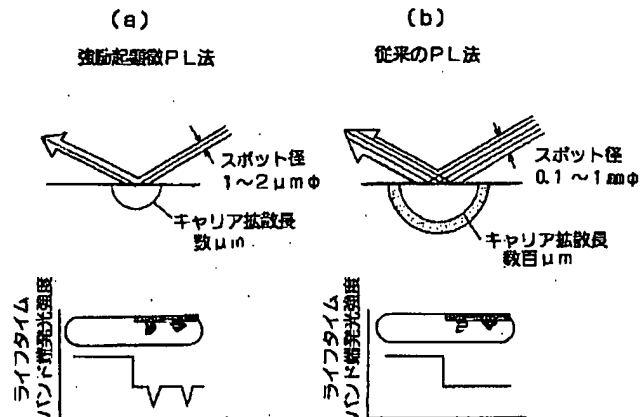
【符号の説明】

1…Siウエーハ重金属付着工程、2…熱拡散工程、3…強励起顕微フォトルミネッセンス法結晶欠陥検出工程。

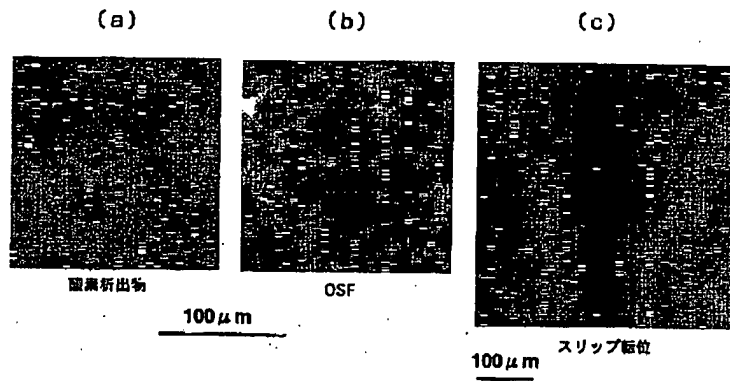
【図1】



【図2】



【図3】



【図4】

